



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 370 211
A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 89118361.8

(51) Int. Cl. 5: C23C 14/34, B32B 15/01,
C22F 1/04

(22) Anmeldetag: 04.10.89

(30) Priorität: 25.11.88 DE 3839775

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
30.05.90 Patentblatt 90/22

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE

(71) Anmelder: VEREINIGTE ALUMINIUM-WERKE
AKTIENGESELLSCHAFT
Georg-von-Boeselager-Strasse 25
D-5300 Bonn 1(DE)

Anmelder: BALZERS AKTIENGESELLSCHAFT
FL-9496 Balzers(LI)

(72) Erfinder: Dumont, Christian Dr.
Schliegelstr. 10
D-5303 Bornheim 1(DE)
Erfinder: Schmitz, Norbert
Münsterlelfeler Str. 137
D-5350 Euskirchen(DE)
Erfinder: Quaderer, Hans
Pardiel 59
FL-9494 Schaan(LI)

(74) Vertreter: Müller-Wolff, Thomas, Dipl.-Ing.
Vereinigte Aluminium-Werke AG
Georg-von-Boeselager-Strasse 25 Postfach
2468
D-5300 Bonn 1(DE)

(54) Aluminium-Verbundplatte und daraus hergestellte Targets.

(57) Aluminium-Verbundplatte und Verfahren zu ihrer Herstellung.

Aluminium-Verbundplatten, die als Target für die Beschichtung mittels Kathodenzerstäubung verwendbar sind, bestehen aus einer Nutzschicht aus Reinaluminium ($Al \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($Al \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung und einer Trägerschicht.

Es soll nun eine Aluminium-Verbundplatte mit einer Härte in der Trägerschicht von $HB \geq 70$ entwickelt werden, die in einem einfachen und preiswerten Verfahren herstellbar und für die Herstellung von Targets für die Sputtertechnik geeignet ist.

Die neue Aluminium-Verbundplatte besteht aus einer Trägerschicht aus einer aushärtbaren Legierung - vorzugsweise vom Typ AlMgSi - und einer Nutzschicht aus Reinaluminium ($Al \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($Al \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung.

Der Gesamtaufbau wird durch Walzplattieren bei Temperaturen zwischen 350 bis 450 °C hergestellt. Der Anteil des Trägerwerkstoffs beträgt vorzugsweise 20 bis 35 % der Gesamtdicke. Nach dem Warmwalzen mit einem Walzgrad von mind. 20 % wird die Verbundplatte bei Temperaturen zwischen 450 und 540 °C Metalltemperatur weniger als 30 Minuten lösungsgeglüht, vorzugsweise weniger als 15 Minuten, in Wasser abgeschreckt und anschließend einer Warmauslagerung von 2 bis 16 Stunden bei 160 bis 180 °C unterworfen.

EP 0 370 211 A2

EP 0 370 211 A2



← Nutzschicht (2)

← Trägerschicht (1)

1 mm

Abb. 3

Aluminium-V Verbundplatte und daraus hergestellte Targets.

Die Erfindung betrifft eine Aluminium-Verbundplatte, die als Target für die Beschichtung mittels Kathodenerstäubung verwendbar ist, bestehend aus einer Nutzschicht aus Reinaluminium ($Al \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($Al \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung und einer Trägerschicht.

5 Bei der Kathodenerstäubung, die zu den physikalischen Beschichtungsmethoden zählt, wird das zu zerstäubende Material, das Target mit energiereichen Gasionen, die im elektrischen Feld beschleunigt werden, "beschossen". Dadurch werden Oberflächenatome aus dem Target herausgeschlagen, die sich auf der zu beschichtenden Fläche niederschlagen und eine Schicht bilden. Durch zusätzliches Anlegen eines Magnetfeldes am Target wird das Penning Prinzip ausgenutzt, die Abstößraten werden dadurch bedeutend 10 höher. Man spricht von Magnetron-Zerstäubung. Ein geringer Anteil der eingebrachten Energie wird bei diesem Prozess in kinetische Energie, der größere Anteil wird in Wärme umgewandelt. Zum Abtransport dieser Energie müssen die Targets von der Rückseite intensiv gekühlt werden. Materialien wie Al und Al-Legierungen werden durch die restliche Erwärmung in ihrer Stabilität beeinträchtigt.

15 Um trotzdem mit hohen Energieleistungen zerstäuben zu können, werden Targets mit Rückplatten versehen, die eine hohe mech. Stabilität und gute Wärmeleitfähigkeit haben, damit die Erwärmung des Targets und seine Durchbiegung möglichst gering gehalten werden. Nach dem Stand der Technik besteht die Rückplatte bei Aluminium und Aluminiumlegierungen aus Kupfer. Die Verbindung der beiden Metalle erfolgt normalerweise durch Kleben, Löten oder Sprengplattieren.

20 Walzplattieren ist wegen der erforderlichen Wanddicke des Kupfers von mehr als 3 mm nicht möglich. Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, eine Aluminium-Verbundplatte für die Sputter-Technik oder für ähnliche Anwendungsfälle zu entwickeln, die in einem einfachen und preiswerten Verfahren herstellbar ist, wobei die Härte der Trägerschicht $HB \geq 70$ beträgt und für die Herstellung von Targets für die Sputtertechnik geeignet ist. Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch die in den Patentansprüchen 25 angegebenen Merkmale gelöst.

Der Erfindungsgedanke besteht im wesentlichen darin, daß die Aluminium-Verbundplatte aus einer Trägerschicht aus einer aushärtbaren Legierung - vorzugsweise vom Typ AlMgSi - und einer Nutzschicht bestehend aus Reinaluminium ($Al \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($Al \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung besteht, wobei die Schichtdicken 10 bis 20 mm für die Nutzschicht 30 und 3 bis 10 mm für die Trägerschicht betragen.

Der Gesamtaufbau wird vorzugsweise durch Walzplattieren bei Temperaturen zwischen 350 bis 450 °C hergestellt. Der Anteil des Trägerwerkstoffs beträgt vorzugsweise 20 bis 35 % der Gesamtdicke. Nach dem Warmwalzen mit einem Walzgrad von mind. 20 % wird die Verbundplatte bei Temperaturen zwischen 450 und 540 °C Metalltemperatur weniger als 30 Minuten lösungsgeglüht, vorzugsweise weniger als 15 Minuten, in Wasser abgeschreckt und anschließend einer Warmauslagerung von 2 bis 16 Stunden bei 160 bis 180 °C unterworfen.

Mit dieser Behandlung wird einerseits die Festigkeit der Trägerschicht und andererseits das Gefüge der Nutzschicht verbessert. In dieser beträgt der mittlere Korndurchmesser < 4 mm bei einer Streckung $S < 4$. In der bevorzugten Ausführungsform besteht die Trägerschicht aus einer Legierung vom Typ AlMgSi, die 40 nach einer Lösungsglühung bei 485 bis 495 °C und anschließender Warmauslagerung eine Härte $HB > 84$ aufweist, und einer Nutzschicht aus Reinaluminium ($Al \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($Al \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung, enthaltend wenigstens eines der Legierungselemente Si, Cu, Ti, wobei der Korndurchmesser weniger als 2 mm und die Streckung $S < 2$ beträgt. Die Gleichmäßigkeit und Feinkörnigkeit des Gefüges ist besonders günstig für den gleichmäßigen Abtrag beim 45 Sputtern.

Wie eingangs erläutert, wird beim Sputtern die Nutzschicht mit energiereichen Gasionen beschossen. Um einen gleichmäßigen Abtrag und damit eine möglichst lange Nutzungsdauer der Nutzschicht zu erreichen, muß diese möglichst gleichförmig und homogen ausgebildet sein. Durch die erfindungsgemäße Walzplattierung beim Anteil Trägerwerkstoff von 20 bis 35 % der Gesamtdicke wird dieses walztechnisch 50 am besten erreicht bei einem Walzgrad von mindestens 20 % im Temperaturbereich zwischen 350 bis 450 °C.

Die Lösungsglühung bei 450 bis 550 °C Metalltemperatur für weniger als 30 Minuten ist entscheidend für die Erzielung eines geeigneten Korns in der Nutzschicht. Angestrebt wird ein quasiglobulitisches Feinkorn mit einer Streckung $S < 2$. Erfindungsgemäß wurde ein derartiges Korn nach dem Lösungsglühen erreicht, wobei der mittlere Korndurchmesser unterhalb von 1 mm lag, gemessen nach Dederichs und

Kostron. Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren kommt es genau auf die Einhaltung der Glühdauer an. Bei Glühzeiten von mehr als 30 Minuten erhält man ein Grobkorn, das beim Abtrag der Nutzschicht zu Unregelmäßigkeiten in der Zerstäubungsrate führt. Diese Unregelmäßigkeiten führen zu ungleichmäßigen Auftrag auf dem Substrat.

Bei Glühzeiten von weniger als einer Minute gehen allerdings zu geringe Anteile von aushärtenden aluminiumhaltigen Phasen in Lösung, so daß nach der Warmaushärtung die Härte der Trägerschicht eine Härte von 70 HB nicht erreicht und damit die Verbundplatte eine zu geringe Standfestigkeit für die Verwendung zur Beschichtung mittels Kathodenzerstäubung aufweist.

Im folgenden wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert. Es zeigen:

Fig. 1 = Querschnitt durch eine erfindungsgemäße Aluminiumverbundplatte,

Fig. 2 u. 3 = Vergrößerungen im Maßstab 20:1 von Querschliffen durch erfindungsgemäß hergestellte Aluminiumverbundplatten.

Eine nach dem angemeldeten Plattierverfahren hergestellte Verbundplatte, bestehend aus einer 14 mm dicken Nutzschicht 2 aus Al99,9999 + 1 % Si und einer 5 mm dicken Trägerschicht 1 aus AlMgSi1 wurde in Abschnitte A, B geteilt und dann wie folgt behandelt:

Behandlung	Lösungsglühzeit im Salzbad	Lösungsglühtemperatur
A	20 min.	530 °C
B	5 min.	490 °C

Anschließend wurden die Platten im kalten Wasser abgeschreckt und 16 Stunden bei 160 °C warmausgelagert.

Die Messungen der Brinellhärte an den Trägerschichten und die Messung der Korngröße im Längsschliff der Nutzschichten ergab folgende Werte:

Behandlung	Kornquerschnitt in μm^2	mittlerer Kordurchmesser in μm	Streckung	HB	Abb.
A	$2,37 \cdot 10^5$ - $1,78 \cdot 10^6$	549-1505	1	115	2
B	$1,78 \cdot 10^4$ - $7,50 \cdot 10^4$	151-309	1	95	3

Aus dem vorstehenden Vergleich zweier erfindungsgemäß hergestellter Aluminiumverbundplatten ist ersichtlich, daß die gewünschte quasi globulitische Struktur mit einer Streckung $S = 1$ unter den erfindungsgemäßen Bedingungen erreicht wird.

Ansprüche

1. Aluminium-Verbundplatte, die als Target für die Beschichtung mittels Kathodenzerstäubung verwendbar ist, bestehend aus einer Nutzschicht aus Reinaluminium ($\text{Al} \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinaluminiumbasis ($\text{Al} \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder ternären Legierung und einer Trägerschicht, dadurch gekennzeichnet, daß die Trägerschicht aus einer aushärtbaren Aluminiumlegierung mit einer Mindesthärte $\text{HB} \geq 70$ besteht.
2. Aluminium-Verbundplatte nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Trägerschicht und Nutzschicht walzplattiert sind.
3. Aluminium-Verbundplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Nutzschicht einen mittleren Kordurchmesser $< 4 \text{ mm}$ bei einer Streckung $S < 4$ aufweist.
4. Aluminium-Verbundplatte nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Nutzschicht eine Schichtdicke von 10 bis 20 mm und die Trägerschicht eine Schichtdicke von 3 bis 10 mm aufweist.
5. Verfahren zur Herstellung einer Aluminium-Verbundplatte nach einem der vorhergehenden Ansprü-

che, dadurch gekennzeichnet, daß Nutzschicht und Trägerschicht bei einem Anteil Trägerwerkstoff von 20 bis 35 % der Gesamtdicke warmgewalzt werden bei Temperaturen zwischen 350 bis 450 °C mit einem Walzgrad von mindestens 20 %, danach zwischen 450 und 550 °C Metalltemperatur für weniger als 30 Minuten lösungsgeglüht, in Wasser abgeschreckt und anschließend von 2 bis 16 Stunden bei 160 bis 180 °C warmausgelagert wird.

5 6. Target für die Sputtertechnik, hergestellt aus einer Verbundplatte nach einem der Ansprüche 1-4.
7. Verfahren zur Herstellung eines Targets nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß bei einer Trägerschicht aus AlMgSi das Lösungsglühen bei einer Metalltemperatur von 485 bis 495 °C für 3-10 Minuten vorgenommen wird.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

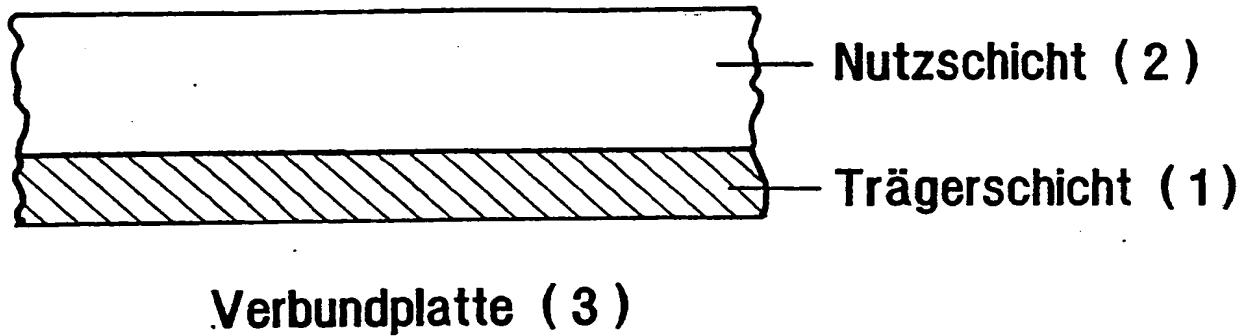


Abb. 1

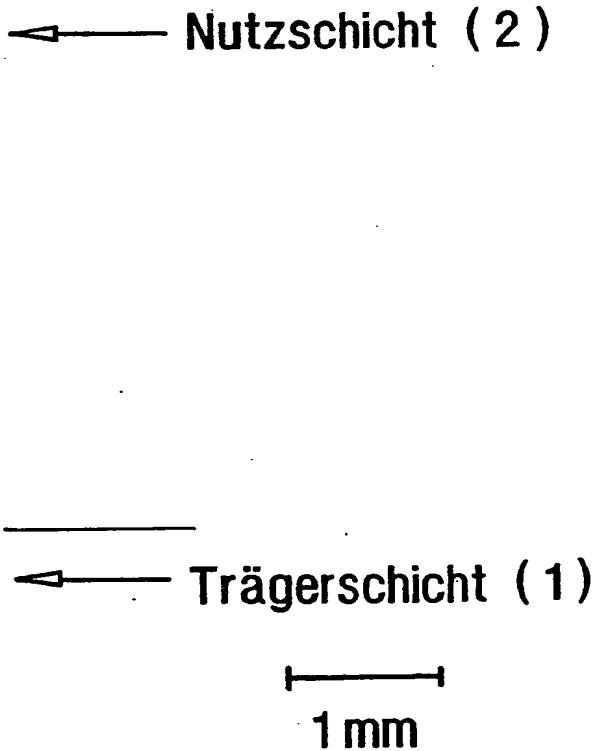
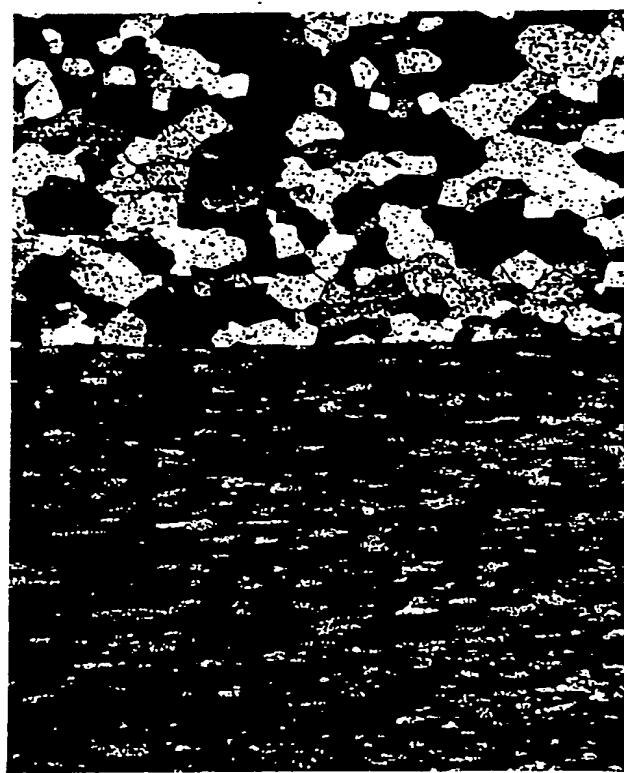


Abb. 2

1 mm



← Nutzschicht (2)

← Trägerschicht (1)

1 mm

Abb. 3

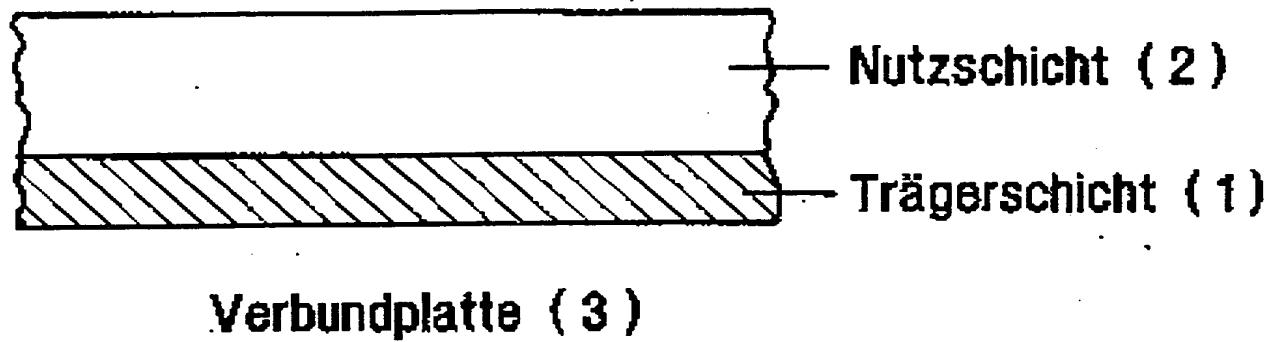


Abb. 1



Nutzschicht (2)

Trägerschicht (1)

Abb. 2

1 mm

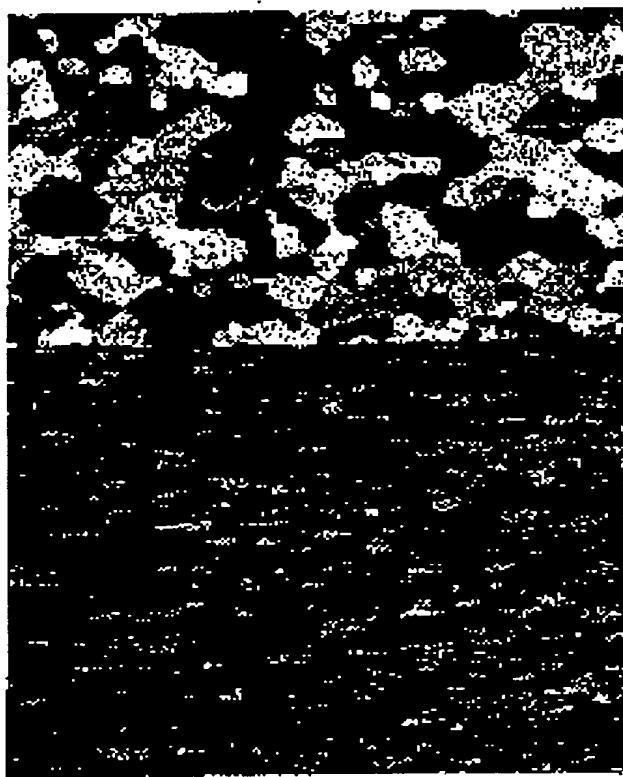


Abb. 3

→ Nutzschicht (2)

→ Trägerschicht (1)

1 mm



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

⑪ Veröffentlichungsnummer: 0 370 211
A3

⑫

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

⑬ Anmeldenummer: 89118361.8

⑭ Int. Cl. 5: C23C 14/34, B32B 15/01,
C22F 1/04

⑮ Anmeldetag: 04.10.89

⑯ Priorität: 25.11.88 DE 3839775

⑰ Veröffentlichungstag der Anmeldung:
30.05.90 Patentblatt 90/22

⑱ Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI LU NL SE

⑲ Veröffentlichungstag des später veröffentlichten
Recherchenberichts: 18.07.90 Patentblatt 90/29

⑳ Anmelder: VEREINIGTE ALUMINIUM-WERKE
AKTIENGESELLSCHAFT
Georg-von-Boeselager-Strasse 25
D-5300 Bonn 1(DE)

Anmelder: BALZERS AKTIENGESELLSCHAFT
FL-9496 Balzers(LI)

㉑ Erfinder: Dumont, Christian Dr.
Schlegelstr. 10
D-5303 Bornheim 1(DE)
Erfinder: Schmitz, Norbert
Münstereifeler Str. 137
D-5350 Euskirchen(DE)
Erfinder: Quaderer, Hans
Pardiel 59
FL-9494 Schaan(LI)

㉒ Vertreter: Müller-Wolff, Thomas, Dipl.-Ing.
Vereinigte Aluminium-Werke AG
Georg-von-Boeselager-Strasse 25 Postfach
2468
D-5300 Bonn 1(DE)

㉓ Aluminium-Verbundplatte und daraus hergestellte Targets.

㉔ Aluminium-Verbundplatte und Verfahren zu ihrer
Herstellung.

EP 0 370 211 A3
Aluminium-Verbundplatten, die als Target für die
Beschichtung mittels Kathodenerstäubung verwend-
bar sind, bestehen aus einer Nutzschicht aus Reina-
luminium ($Al \geq 99,99$) oder aus einer auf Reinalumi-
numbasis ($Al \geq 99,99$) erschmolzenen binären oder
ternären Legierung und einer Trägerschicht.

Es soll nun eine Aluminium-Verbundplatte mit
einer Härte in der Trägerschicht von $HB \geq 70$ ent-
wickelt werden, die in einem einfachen und preiswer-
ten Verfahren herstellbar und für die Herstellung von
Targets für die Sputtertechnik geeignet ist.

Die neue Aluminium-Verbundplatte besteht aus
einer Trägerschicht aus einer aushärtbaren Legie-
rung - vorzugsweise vom Typ AlMgSi - und einer

Nutzschicht aus Reinaluminium ($Al \geq 99,99$) oder aus
einer auf Reinaluminiumbasis ($Al \geq 99,99$) erschmol-
zenen binären oder ternären Legierung.

Der Gesamtaufbau wird durch Walzplattieren bei
Temperaturen zwischen 350 bis 450 °C hergestellt.
Der Anteil des Trägerwerkstoffs beträgt vorzugswei-
se 20 bis 35 % der Gesamtdicke. Nach dem Warm-
walzen mit einem Walzgrad von mind. 20 % wird die
Verbundplatte bei Temperaturen zwischen 450 und
540 °C Metalltemperatur weniger als 30 Minuten
lösungsgeglüht, vorzugsweise weniger als 15 Minu-
ten, in Wasser abgeschreckt und anschließend einer
Warmauslagerung von 2 bis 16 Stunden bei 160 bis
180 °C unterworfen.



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrieft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. CL5)
Y	JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, Band 51, Nr. 1, Januar 1980, Seiten 718-725, American Institute of Physics, New York, US; S. MANIV et al.: "Oxidation on an aluminum magnetron sputtering target in Ar/O ₂ mixtures" * Seite 719, linke Spalte, Zeilen 1-11 * ---	1,6	C 23 C 14/34 B 32 B 15/01 C 22 F 1/04
Y	DE-C- 749 695 (N.N.) * Ansprüche 1,2 *	1,6	
A	DE-A-3 030 329 (W.C. HERAEUS GmbH) * Ansprüche 1,3 *	1	
A	EP-A-0 024 355 (SIEMENS AG) * Zusammenfassung *	1	
A	US-A-3 878 871 (W.H. ANTHONY et al.) * Beispiel 3 *	2,5	
A	WO-A-8 702 712 (ALUMINIUM COMPANY OF AMERICA) * Seite 8, Zeilen 15-25; Seite 12, Zeilen 10-29 *	5,7	
A	W. HUFNAGEL: "Aluminium-Taschenbuch", 14. Auflage, 1983, Seiten 56, 253-257, Aluminium Verlag, Düsseldorf, DE ---		C 23 C B 32 B C 22 F B 23 K
A	"METALS HANDBOOK", PROPERTIES AND SELECTION: NON FERROUS ALLOYS AND PURE METALS, 9. Auflage, Band 2, 1979, Seiten 113-123, American Society for Metals, Ohio, US -----		
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche		Prüfer
DEN HAAG	27-04-1990		GREGG N.R.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet	T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		
Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie	E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist		
A : technologischer Hintergrund	D : in der Anmeldung angeführtes Dokument		
O : nichtschriftliche Offenbarung	L : aus andern Gründen angeführtes Dokument		
P : Zwischenliteratur	& : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument		